

# IC-16 测定碳酸锂中的硫酸根离子含量

LC-253

**摘要：**本文建立了 IC-16 离子色谱仪分析碳酸锂中硫酸根离子的分析方法。结果表明：仪器定量限低于 0.1  $\mu\text{g/mL}$ ；0.2-20  $\mu\text{g/mL}$  浓度范围内，校准曲线线性良好，相关系数为 0.9999，各校准点准确度在 96.5%-106.9% 之间；0.2  $\mu\text{g/mL}$  和 5  $\mu\text{g/mL}$  标样连续 5 针测试结果显示，硫酸根保留时间和峰面积 RSD 值分别不高于 0.07% 和 0.66%，仪器精密度良好。该方法快速简单，灵敏度高，重复性好，适合碳酸锂中硫酸根离子含量的检测。

**关键词：**IC-16 碳酸锂 硫酸根

碳酸锂在现代工业中具有非常广泛的应用，近些年随着新能源汽车的大热，作为锂电池生产重要原料的碳酸锂越发受到市场的关注。

碳酸锂中通常含有氟离子、硫酸根离子等多种杂质阴离子，相关标准如《GB/T 11075 碳酸锂》，《YS/T 582-2013 电池级碳酸锂》中均对硫酸根等离子的含

量做了明确限定。

离子色谱仪是检测阴离子含量的常用检测手段，本文建立了 IC-16 离子色谱仪分析碳酸锂中硫酸根离子的分析方法。该方法快速简单，灵敏度高，重复性好，适合碳酸锂中硫酸根离子含量的检测。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验采用岛津 IC-16 阴离子抑制型离子色谱仪系统，具体配置为：

系统控制器：CBM-20Alite

脱气机：DGU-20A3

输液泵：LC-16i

自动进样器：SIL-16i

柱温箱：CTO-20A

检测器：CDD-10A VP

抑制器：AS-1000 阴离子电解膜抑制器

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.99

### 1.2 分析条件

色谱柱：IC SI-36 4D, 150 mm  $\times$  4.0 mm I.D., 3.5  $\mu\text{m}$ ,

日本昭和电工，P/N：F6999361

流动相：25 mM 氢氧化钾溶液

流速：0.7 mL/min

柱温：35 $^{\circ}\text{C}$

进样体积：25  $\mu\text{L}$

抑制器电流：49 mA

洗脱方式：等度洗脱

### 1.3 样品前处理

准确称取 0.1 g 样品，以超纯水溶解定容至 100 mL，即得。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准溶液色谱图与定量限

0.2  $\mu\text{g/mL}$  硫酸根标准溶液色谱图如图 1 所示，其中硫酸根色谱峰  $S/N=24.2$ ，以  $S/N=10$  对应浓度推算仪器定量限为 0.08  $\mu\text{g/mL}$ 。

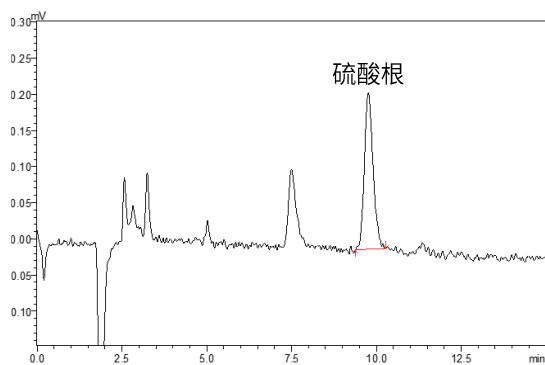


图1 0.2 µg/mL 硫酸根标准溶液色谱图

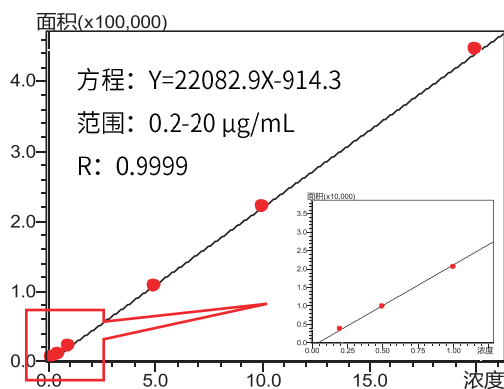


图2 校准曲线

## 2.2 校准曲线

如图2所示，硫酸根标准样品在0.2-20 µg/mL的浓度范围内，外标法校准曲线线性良好。其中线性方程为 $Y=22082.9X-914.3$ ，线性相关系数R为0.9999，各校准点准确度在96.5%-106.9%之间。

## 2.3 重复性考察

0.2 µg/mL和5 µg/mL硫酸根标准样品分别重复进样5次，考察保留时间和峰面积的重复性，RSD结果如表1所示，其值分别不超过0.07%和0.66%。

表1 保留时间和峰面积重复性

No.	标准样品浓度 (µg/mL)	保留时间 RSD(%)	峰面积 RSD(%)
1	0.2	0.07	0.66
2	5	0.06	0.32

## 2.4 样品分析

2个未知样品处理后各自进样分析，其色谱图和测定结果分别如图3和表2所示。

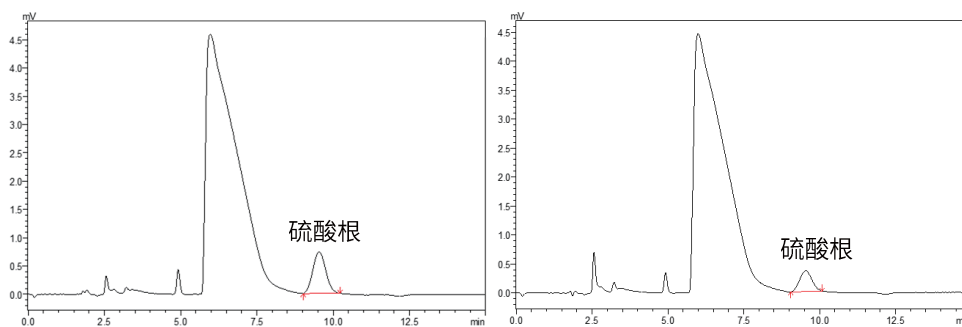


图3 样品色谱图 (左: 样品1, 右: 样品2)

表2 碳酸锂中硫酸根含量

样品 No.	称样量 (g)	定容体积 (mL)	检测浓度 (µg/mL)	样品含量 (µg/g)
1	0.1024	100	1.02	996.09
2	0.1069	100	0.51	477.08

## ■ 结论

本文建立了 IC-16 离子色谱仪分析碳酸锂中硫酸根离子的分析方法。该方法快速简单，灵敏度高，重复性好，适合碳酸锂中硫酸根离子含量的检测。

岛津应用云

